

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-140260

(43)Date of publication of application : 26.05.1998

(51)Int.Cl.

C22C 1/02

B22D 17/00

(21)Application number : 08-296420

(71)Applicant : UBE IND LTD

(22)Date of filing : 08.11.1996

(72)Inventor : ADACHI MITSURU

SATO SATOSHI

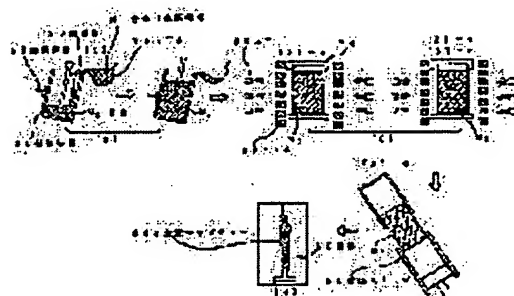
HARADA YASUNORI

(54)METHOD OF PRECAST FORMING

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a forming method of semi-molten metal which simply and easily obtains a formed body having fine and spherical thixo-structure in a low cost without using the conventional mechanical stirring method or electromagnetic stirring method.

SOLUTION: An alloy M having crystal nuclei, in liquid-state at the liquidus temp. or higher, poured into a holding vessel 30 having  $\geq 1\text{kcal/m.h.}^\circ\text{C}$  heat conductivity, or an alloy having crystal nuclei in solid-liquid coexisting state at less than the liquidus temp. and the forming temp. or higher, is cooled at  $0.01^\circ\text{C/s}$ – $3.0^\circ\text{C/s}$  average cooling velocity and held just before pressing and forming to crystalize the fine primary crystal in molten alloy. Then, the temp. is adjusted so as to keep the temp. at each part of the alloy incorporated in the holding vessel 30 into the range of a target forming temp. showing a prescribed liquid phase ratio at least till forming with the induction-heating, and this alloy is taken out from the holding vessel and supplied into a metallic mold 60 for forming and press-formed.

**BEST AVAILABLE COPY**

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

12.01.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3246358

[Date of registration]

02.11.2001

[Number of appeal against examiner's decision]

of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(11)特許出願公開番号

特開平10-140260

(43)公開日 平成10年(1998)5月26日

(51) Int.Cl.<sup>5</sup>

識別記号

FI

C 2 2 C 1/02

501

C 2 2 C 1/02

501B

B 2 2 D 17/00

B 2 2 D 17/00

$$z$$

審査請求 未請求 請求項の数10 O.L (全 13 頁)

(21)出願番号 特願平8-296420

(22)出願日 平成8年(1996)11月8日

(71)出願人 000000206

宇部興産株式会社

山口県宇部市西本町1丁目12番32号

(72)発明者 安達 充

山口県宇部市大字小串字沖の山1980番地

宇部興産株式会社機械・エンジニアリング  
事業本部内

(72)発明者 佐藤 智

山口県宇部市大字小串字沖の山1980番地

宇部興産株式会社機械・エンジニアリング  
事業本部内

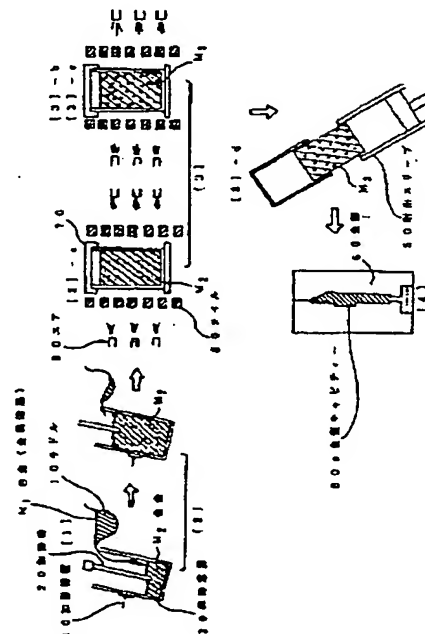
**最終頁に続く**

(54)【発明の名称】 半溶融金属の成形方法

(57) 【要約】

【課題】従来の機械攪拌法や電磁攪拌法によらず、簡便容易に、かつ、低コストで微細かつ球状のチクソ組織を有する成形体が得られる半溶融金属の成形方法を提供するものである。

【構成】 熱伝導率が  $1 \text{ kcal} / \text{mh}^\circ\text{C}$  以上の保持容器に注湯された結晶核を有する液相線温度以上の液体状態の合金、または、結晶核を有する液相線温度未満で成形温度以上の固液共存状態の合金を、 $0.01^\circ\text{C} / \text{s} \sim 3.0^\circ\text{C} / \text{s}$  の平均冷却速度で冷却して加圧成形直前まで保持することにより、微細な初晶を該合金液中に晶出させるとともに、該保持容器内に入れられた合金の各部の温度を誘導加熱により遅くとも成形する時までに所定の液相率を示す目標成形温度範囲内に収めるように温度調整し、該保持容器から該合金を取り出し成形用金型に供給して加工成形する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 熱伝導率が $1\text{ kcal/mh}^\circ\text{C}$ 以上の保持容器に注湯された結晶核を有する液相線温度以上の液体状態の合金、または、結晶核を有する液相線温度未満で成形温度以上の固液共存状態の合金を、 $0.01^\circ\text{C/s} \sim 3.0^\circ\text{C/s}$ の平均冷却速度で冷却して加圧成形直前まで保持することにより、微細な初晶を該合金液中に晶出させるとともに、該保持容器内に入れられた合金の各部の温度を誘導加熱により遅くとも成形する時まで所定の液相率を示す目標成形温度範囲内に収めるように温度調整し、該保持容器から該合金を取り出し成形用金型に供給して加圧成形することを特徴とする半溶融金属の成形方法。

【請求項2】 誘導加熱は、保持容器内で降温する合金の代表温度が注湯直後から目標成形温度に対して $10^\circ\text{C}$ 以上低下しない段階までに、所定量の電流を所定時間流して、該保持容器内の合金の各部の温度を目標成形温度に対して $-5^\circ\text{C} \sim +5^\circ\text{C}$ の温度範囲内に収めるように加熱調整することとした請求項1記載の半溶融金属の成形方法。

【請求項3】 保持容器内の合金の各部の温度が誘導加熱により所定時間内に目標成形温度範囲内に調整された後は、該誘導加熱で使用した周波数と同等もしくはそれよりも高い周波数の誘導加熱により成形工程の直前まで該合金を温度保持することとした請求項1および請求項2記載の半溶融金属の成形方法。

【請求項4】 少なくとも保持容器の上部、下部のいずれかを保温するか、あるいは、保持容器の中央部に比べて高温に加熱するか、あるいは、保持容器の上部、下部の厚みを該保持容器の中央部よりも薄くした請求項1ないし請求項3記載の半溶融金属の成形方法。

【請求項5】 保持容器内の合金の冷却方法を、該保持容器の外側から該保持容器に向けて、少なくとも空気または水のいずれかを噴射するようにした請求項1ないし請求項4記載の半溶融金属の成形方法。

【請求項6】 保持容器の外側を2ヶ所以上の異なる高さ位置からそれぞれ独立に、少なくとも所定の温度の空気または水のいずれかを、噴射条件および噴射時期を任意に変えて噴射することができるようにした請求項5記載の半溶融金属の成形方法。

【請求項7】 成形用金型に供給する合金の液相率が $1.0\%$ 以上で $75\%$ 未満とした請求項1ないし請求項6記載の半溶融金属の成形方法。

【請求項8】 結晶核の生成方法として、液相線温度に対して $50^\circ\text{C}$ 未満の過熱度の溶湯を用いて保持容器内に注湯され密えられていく合金に、注湯中加振棒を浸漬して直接接触させながら該加振棒を加振して該合金に振動を与えるか、あるいは、保持容器に合金を注湯中に加振棒を加振するとともに該保持容器に振動を与えることとした請求項1ないし請求項7記載の半溶融金属の成形方法。

法。

【請求項9】 結晶核の生成方法として、液相線温度に対して過熱度を $50^\circ\text{C}$ 未満に保持されたBを $0.001\% \sim 0.01\%$ 、Tiを $0.005\% \sim 0.3\%$ 含むアルミニウム合金溶湯を保持容器内に注ぐこととした請求項1ないし請求項8記載の半溶融金属の成形方法。

【請求項10】 結晶核の生成方法として、液相線温度に対して過熱度を $50^\circ\text{C}$ 未満に保持されたSrを $0.005\% \sim 0.1\%$ 含む、あるいはSiを $0.01\% \sim 1.5\%$ およびSrを $0.005 \sim 0.1\%$ 含む、あるいはCaを $0.05\% \sim 0.30\%$ 含むマグネシウム合金溶湯を保持容器内に注ぐこととした請求項1ないし請求項8記載の半溶融金属の成形方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は半溶融金属の成形方法に係り、特に、保持容器に注湯された結晶核を有する液相線温度以上の液体状態の合金、または、結晶核を有する液相線温度未満で成形温度以上の固液共存状態の合金を、一定範囲の平均冷却速度で冷却して加圧成形直前まで保持することにより、微細な初晶を該合金液中に晶出させるとともに、該保持容器内に入れられた合金の各部の温度を、誘導加熱により、遅くとも成形する時まで所定の液相率を示す目標成形温度範囲内に収めるように温度調整し、該保持容器から該合金を取り出し成形用金型に供給して加圧成形する半溶融金属の成形方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 チクソキャスト法は、従来の鑄造法に比べて鑄造欠陥や偏析が少なく、金属組織が均一で、金型寿命が長いことや成形サイクルが短いなどの利点があり、最近注目されている技術である。この成形法(A)において使用されるピレットは、半溶融温度領域で機械攪拌や電磁攪拌を実施するか、あるいは加工後の再結晶を利用することによって得られた球状化組織を特徴とするものである。これに対して、従来鑄造法による素材を用いて半溶融成形する方法も知られている。これは、たとえば、等軸晶組織を発生しやすいマグネシウム合金においてさらに微細な結晶を生じさせるためにZrを添加する方法(B)や炭素系微細化剤を使用する方法(C)であり、またアルミニウム合金において微細化剤として $\text{Al}-5\%\text{Ti}-1\%\text{B}$ 母合金を従来の2倍 $\sim 10$ 倍程度添加する方法(D)であり、これら方法により得られた素材を半溶融温度域に加熱し初晶を球状化させ成形する方法である。また、固溶限以内の合金に対して、固相線近くの温度まで比較的急速に加熱した後、素材全体の温度を均一にし局所的な溶融を防ぐために、固相線を超えて材料が柔らかくなる適当な温度まで緩やかに加熱して成形する方法(E)が知られている。また、傾斜冷却板に $700^\circ\text{C}$ 程度のアルミニウム溶湯を流し、半溶融ア

ルミニウムを得て容器に集めて冷却する方法(F)が知られている。

【0003】一方、ビレットを半溶融温度領域まで昇温し成形する方法と異なり、球状の初晶を含む融液を連続的に生成し、ビレットとして一旦固化することなく、そのままそれを成形するレオキャスト下法(G)が知られている。また、冷却体および傾斜冷却体に熔融金属を接触させて得られた少なくとも一部が固液共存状態である金属を半溶融温度域に保持することによりレオキャスト用スラリを得る方法(H)が知られている。さらに、ビレットケースに収容された溶湯に容器外部から、あるいは、容器の中に直接、超音波振動を付与しながら冷却して半凝固ビレットを製造し、ビレットケースから該半凝固ビレットを取り出し、そのまま成形するか、さらに高周波誘導装置にて再加熱して成形する鑄造装置(I)が知られている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上述した(A)の方法は攪拌法や再結晶を利用する方法のいずれの場合も煩雑であり、製造コストが高くなる難点がある。また、マグネシウム合金においては(B)の場合には、Zrが高くコスト的に問題であり、(C)の方法では、炭化物系微細化剤を使用してその微細化効果を十分に発揮させるためには、酸化防止元素であるBeを、たとえば、7ppm程度に低く管理する必要があり、成形直前の加熱処理時に酸化燃焼しやすく、作業上不都合である。

【0005】一方、アルミニウム合金においては、単に微細化剤を添加するだけでは500 $\mu$ m程度であり、200 $\mu$ m以下の微細な結晶粒の組織を得ることは容易ではない。このため、多量に微細化剤を添加する方法

(D)があるが、微細化剤が炉底に沈降しやすく工業的には難しく、かつコストも高い。さらに(E)の方法では、固相線を超えてから緩やかに加熱して素材の均一加熱と球状化を図ることを特徴とするチクソ成形法が提案されているが、通常のデンドライト組織を加熱してもチクソ組織(初晶デンドライトが球状化されている)には変化しない。(F)の方法では、簡便に球状粒子の組織を示す半溶融アルミニウムを得ることが出来るが、そのまま成形するための条件は整っていない。

【0006】しかも(A)～(F)のいずれの場合も、チクソ成形法によって半溶融成形するためには、一旦液相を固化しそのビレットを再度半溶融温度領域まで昇温する必要があり、従来鑄造法に比べてコスト高になり、また原料としてのビレットはリサイクルが難しく、また液相率もビレットのハンドリング上の問題から高く出来ない。また、(G)の方法では、球状の初晶を含む融液を連続的に生成供給するため、コスト的、エネルギー的にもチクソキャストよりも有利であるが、球状組織と液相からなる金属原料を製造する機械と最終製品を製造する

鑄造機との設備的運動が煩雑である。具体的には、鑄造機械が故障した場合、半溶融金属の処置が困る。

【0007】また、(H)の方法では、次のような問題点がある。冷却体に接触させた後半溶融温度域に所定の時間保持することになっているが、一旦凝固させてビレットとした後再加熱後成形することを特徴とするチクソキャスト法と異なり、所定の時間保持後の半溶融金属をそのまま成形する場合、工業的な連続運転を考えた時、短時間で成形に適した所定の液相率を示す温度分布のよい合金を得る必要がある。しかし、単に保持するだけでは成形に適した液相率と温度分布を有するレオキャスト用の半溶融金属を得ることはできない。

【0008】(I)の方法では、容器内溶湯を冷却するための容器を使用するが容器内の金属の上部、下部は中央部に比べて冷えやすく均一な温度分布を有する半凝固ビレットを得ることは難しい。このため、そのまま成形すれば不均一な組織の成形体を得られる。しかも、一旦、ビレットケースから取り出された段階での半凝固ビレットの温度は該ビレットの元の形態を維持する必要があるところから半凝固ビレットの液相率は50%を超えることは困難であり、40%程度の液相率にならざるを得ず、このため、ダイキャストによる成形には射出条件等に工夫が必要である。また、仮に一旦40%未満の液相率になった該ビレットを高周波誘導装置で再加熱しても、同様に50%を超えることは困難であるから成形には射出条件等に工夫が必要である。また一度出来た該半凝固ビレット内の温度の大きな不均一を解消するためには時間がかかるため、高周波装置の出力もチクソ成形の場合に近い高い出力が一時的には必要であり、また高サイクルの連続生産のためには高周波誘導装置を多く設置する必要がある。

【0009】また、半溶融成形を工業的に連続で行なうに当たり、鑄造機の故障が生じた場合、半溶融状態の金属の保持時間が所定の保持時間以上になることがある。金属組織に問題がないかぎり所定の温度に維持することが望まれるが、特に室温から昇温して保持するチクソキャスト法の場合、金属組織の粗大化とビレット形状の変形が大きく(ビレットの下部になるほど径が大きい)、しかも半溶融状態にある各ビレットの温度を個別に管理できなければ、このような場合通常廃棄処分されるので無駄である。

【0010】本発明は、上述の従来の各方法の問題点に着目し、ビレットを使用することなく、しかも煩雑な方法をとることなく、簡便容易に、球状化した初晶を含む均一な組織と均一な温度分布を有する成形に適した半溶融金属(従来チクソキャスト法よりも高液相率の半溶融金属まで対象となる)を、チクソキャスト成形のために通常使用される高周波誘導装置の50%以下の出力で速やかに得て、加圧成形する方法を提供することを目的とするものである

## 【0011】

【課題を解決するための手段】このような問題を解決するために、本発明においては、第1の発明では、熱伝導率が $1\text{ kcal/mh}^\circ\text{C}$ 以上の保持容器に注湯された結晶核を有する液相線温度以上の液体状態の合金、または、結晶核を有する液相線温度未満で成形温度以上の固液共存状態の合金を、 $0.01^\circ\text{C/s} \sim 3.0^\circ\text{C/s}$ の平均冷却速度で冷却して加圧成形直前まで保持することにより、微細な初晶を該合金液中に晶出させるとともに、該保持容器内に入れられた合金の各部の温度を誘導加熱により遅くとも成形する時までに所定の液相率を示す目標成形温度範囲内に収めるように温度調整し、該保持容器から該合金を取り出し成形用金型に供給して加圧成形するようにした。

【0012】また、第2の発明では、第1の発明における誘導加熱は、保持容器内で降温する合金の代表温度が注湯直後から目標成形温度に対して $10^\circ\text{C}$ 以上低下しない段階までに、所定量の電流を所定時間流して、該保持容器内の合金の各部の温度を目標成形温度に対して $-5^\circ\text{C} \sim +5^\circ\text{C}$ の温度範囲内に収めるように加熱調整するようにした。また、第3の発明では、保持容器内の合金の各部の温度が誘導加熱により所定時間内に目標成形温度範囲内に調整された後は、該誘導加熱で使用した周波数と同等もしくはそれよりも高い周波数の誘導加熱により成形工程の直前まで該合金を温度保持することとした。さらに、第4の発明では、少なくとも保持容器の上部、下部のいずれかを保温するか、あるいは、保持容器の中央部に比べて高温に加熱するか、あるいは、保持容器の上部、下部の厚みを該保持容器の中央部よりも薄くした。

【0013】また、第5の発明では、保持容器内の合金の冷却方法を、該保持容器の外側から該保持容器に向けて、少なくとも空気または水のいずれかを噴射するようにした。さらに、第6の発明では、保持容器の外側を2ヶ所以上の異なる高さ位置からそれぞれ独立に、少なくとも所定の温度の空気または水のいずれかを、噴射条件および噴射時期を任意に変えて噴射することができるようにした。そして、第7の発明では、成形用金型に供給する合金の液相率が $1.0\%$ 以上で $75\%$ 未満とした。

【0014】また、第8の発明では、結晶核の生成方法として、液相線温度に対して $50^\circ\text{C}$ 未満の過熱度の溶湯を用いて保持容器内に注湯され蓄えられていく合金に、注湯中加振棒を浸漬して直接接触させながら該加振棒を加振して該合金に振動を与えるか、あるいは、保持容器に合金を注湯中に加振棒を加振するとともに該保持容器に振動を与えることとした。さらに、第9の発明では、結晶核の生成方法として、液相線温度に対して過熱度を $50^\circ\text{C}$ 未満に保持された $B$ を $0.001\% \sim 0.01\%$ 、 $Ti$ を $0.005\% \sim 0.3\%$ 含むアルミニウム合金溶湯を保持容器内に注ぐこととした。そして、第10

の発明では、結晶核の生成方法として、液相線温度に対して過熱度を $50^\circ\text{C}$ 未満に保持された $Sr$ を $0.005\% \sim 0.1\%$ 含む、あるいは $Si$ を $0.01\% \sim 1.5\%$ および $Sr$ を $0.005 \sim 0.1\%$ 含む、あるいは $Ca$ を $0.05\% \sim 0.30\%$ 含むマグネシウム合金溶湯を保持容器内に注ぐこととした。

## 【0015】

【発明の実施の形態】本発明では、熱伝導率が $1\text{ kcal/mh}^\circ\text{C}$ 以上の保持容器に注湯された結晶核を有する液相線温度以上の液体状態の合金、または、結晶核を有する液相線温度未満で成形温度以上の固液共存状態の合金を、 $0.01^\circ\text{C/s} \sim 3.0^\circ\text{C/s}$ の平均冷却速度で冷却して加圧成形直前まで保持することにより、微細な初晶を該合金液中に晶出させるとともに、該保持容器内に入れられた合金の各部の温度を誘導加熱により遅くとも成形する時までに所定の液相率を示す目標成形温度範囲内に収めるように温度調整し、該保持容器から該合金を取り出し成形用金型に供給して加圧成形するようにしたため、成形工程以前の合金の温度管理が理想的に行なわれるので、球状化した初晶を含む均質な組織を有する優れた成形体を得られる。

## 【0016】

【実施例】以下図面に基づいて本発明の実施例の詳細について説明する。図1～図12は本発明の実施例に係り、図1は最大固溶限以上の組成の亜共晶アルミニウム合金の半溶融金属の成形方法を示す工程説明図、図2は最大固溶限内組成のマグネシウム合金あるいはアルミニウム合金の半溶融金属の成形方法を示す工程説明図、図3は球状初晶の生成から成形までの工程説明図、図4は図3に示した各工程の金属組織の模写図、図5は代表的なアルミニウム合金である $Al-Si$ 系合金の平衡状態図、図6は代表的なマグネシウム合金である $Mg-Al$ 系合金の平衡状態図、図7は本発明例の成形体の金属組織を示す顕微鏡写真の模写図、図8は比較例の成形品の金属組織を示す顕微鏡写真の模写図、図9は保持容器内の $AC4CH$ 合金の温度分布と冷却速度の相関を説明するグラフ、図10は保持容器内の $AC4CH$ 合金の温度分布に及ぼす高周波誘導加熱の影響度を示すグラフ、図11は保持容器内の $AC4CH$ 合金の温度分布に及ぼす高周波誘導加熱の影響度を示すグラフ、図12は成形温度に到達した後の半溶融金属の成分均質化に及ぼす高周波誘導加熱保持の影響度を示す説明図である。

【0017】本発明においては、図1、図2、図3、図5、図6に示すように、まず、液相線温度に対する過熱度が $50^\circ\text{C}$ 未満に保持された最大固溶限以上の組成の亜共晶アルミニウム合金あるいは最大固溶限内組成のマグネシウム合金、アルミニウム合金の溶湯を保持容器に注湯しつつ、加振棒を保持容器内の合金中へ浸漬して合金と直接接触させながら加振棒を加振することにより合金に振動を与え、注湯完了後直ちに該加振棒を引き上げる

ことにより、合金より離脱させる。

【0018】このようにして、液相線温度以上で結晶核を有する液体状態の合金または液相線温度以下で成形温度以上の結晶核を有する固液共存状態にし、引き続き所定の液相率を示す成形温度まで該保持容器内の合金を、該保持容器の外側から容器に、たとえば、室温の空気を噴射して0.01~3.0℃/sの平均冷却速度で冷却して加圧成形直前まで保持することにより、微細な初晶を該合金液中に晶出させるとともに、該保持容器内に入れられた合金の各部の温度を誘導加熱により遅くとも成形する時までに所定の液相率を示す目標成形温度範囲内に収めるように温度調整し、該保持容器から該合金を取り出し成形用金型に供給して加圧成形するようにした。

【0019】ここで「所定の液相率」とは、加圧成形に適する液相率を意味する。ダイカスト鑄造、スクイズ鑄造などの高圧鑄造では液相率は75%未満、好ましくは40%~65%とする。40%未満では保持容器30からの取り出しが容易でなく、また取り出された素材の成形性が劣る。

【0020】一方、75%を超える場合は素材が軟らかいためハンドリングが難しいばかりでなく、ダイキャスト機の金型内溶融金属を射出するためのスリーブへの挿入時に周辺空気を巻き込み、あるいは成形された鑄造品の金属組織には偏析が発生して均一な組織が得にくいなどの問題がある。このため、75%以下、好ましくは65%以下とする。押出法や鍛造法では、1.0%~70%、好ましくは10%~65%とする。70%を超える場合は組織の不均一が生じる惧れがある。このため、70%以下、好ましくは65%以下とする。また、1.0%未満では変形抵抗が高いので、1.0%以上とする。なお、40%未満の液相率の合金を用いて押出法や鍛造法を行なう場合、40%以上の液相率で該合金を保持容器から取り出し、その後40%未満に液相率を下げる。

【0021】本発明でいう「保持容器」とは、金属製容器または非金属製容器（セラミック容器を含む）とするか、あるいは金属材料を表面に塗布またはコーティングした金属製容器、もしくは非金属材料を複合させた金属製容器とする。非金属材料を金属製容器の表面に塗布するのはメタルの付着防止に効果的である。また、保持容器を加熱する手段として、該保持容器の内部あるいは外部をヒータで加熱する方法があるが、高周波誘導装置も適用ができる。本発明でいう「代表温度」とは、保持容器内に入れられた合金の中心温度を示す。もっと具体的に言うと、保持容器内合金の高さ方向の中心で、かつ、径方向の中心位置の温度を意味する。ただし、実作業時には、この両中心位置の温度を測定し難いので、実作業の際は、半溶融金属の表面から所定の深さ（たとえば、1cm）の位置で温度を計測する。そして、この温度から、あらかじめ調査された代表温度と各部の温度との関係を利用して、代表温度を推定する。

【0022】また、本発明では、「結晶核発生方法」として、容器への注湯中に振動治具を使用して結晶核を発生する方法、微細化剤を含む低温溶湯を使用する方法を提案しているが、結晶核の発生方法として、公知の技術、たとえば、結晶遊離法を応用したSeed Pouring法（水冷傾斜冷却板の上に溶湯を流す）や、融点の異なる二液相の混合などによる方法を採用してもよい。本発明の「保持容器に注湯され蓄えられていく合金に、注湯中加振棒を浸漬して直接接触させながら該加振棒を加振して該合金に振動を与える」とは、保持容器内へ入れられた加振棒に注湯するというのではない。本発明では、保持容器内へ入れられた後に溜まりつつある液体状合金を、該合金に浸漬された加振棒により振動させるものである（注湯完了と同時に加振棒は合金から離脱される）。

【0023】なお、本発明の「振動」とは、振動発生装置の種類、振動条件（周波数、振幅）を限定するものではないが、市販のエア式振動装置、電動式振動装置でもよく、また使用される振動条件としては、たとえば、周波数は10Hz~50kHz、好ましくは50Hz~1kHz、片振幅は1mm~0.1μm、好ましくは500μm~10μmが望ましい。

【0024】また、結晶核を発生させ微細な球状組織を得るために、アルミニウム合金においてはTi、Bを添加し、マグネシウム合金においてはSr、Si、Caを添加する。Tiが0.005%未満であればその効果は小さく、0.30%を超えれば粗大なTi化合物が発生し延性が低下するので、Tiは0.005%~0.30%とする。BはTiと相まって微細化を促進するが、0.001%未満であれば微細化効果は小さく、0.01%を超えて添加してもそれ以上の効果を期待できないのでBは0.001%~0.01%とする。Srが0.005%未満であれば微細化効果は小さく、0.1%を超えて添加してもそれ以上の効果を期待できないので0.005%~0.1%とする。0.005%~0.1%のSrに0.01%~1.5%のSiを複合添加することにより、Sr単独添加よりもさらに微細な結晶粒が得られる。Caが0.05%未満では微細化効果は小さく、0.30%を超えて添加してもそれ以上の効果を期待できないのでCaは0.05%~0.30%とする。

【0025】具体的には以下のとおりの手順により作業を進める。図3および図4の工程[1]において、ラドル10内に入れられた完全液体である合金M1を工程

[2]において、保持容器（セラミック容器もしくはセラミックコーティング金属容器）30に注湯された合金に加振棒20を入れて該合金中に浸漬し直接接触させながら加振棒20を加振して該合金に振動を与え、また注湯中、必要に応じて保持容器30に振動装置40を介して振動を与え、注湯完了後加振棒20を直ちに引き上げることにより、液相線近傍の液体状態、固液共存状態の



合金に結晶核を発生させる。

【0026】次に、工程【3】において該合金を、 $0.01^{\circ}\text{C}/\text{s} \sim 3.0^{\circ}\text{C}/\text{s}$ の平均冷却速度で該合金を冷却しつつ加圧成形直前まで保持容器30内に保持し、微細な初晶を該合金液中に晶出させつつ誘導加熱（保持容器30回りの加熱コイル80に通電すること）により、該容器内の合金の各部の温度を注湯直後から遅くとも成形する時点までに所定の液相率を示す目標成形温度範囲内に収めるように温度調整する。冷却に当たっては、保持容器の外側から保持容器に向けて空気（または水）90を噴射する。また、必要に応じて上部、下部を断熱材で保温もしくは加熱した保持容器30において半溶融状態で保持し、導入された結晶核から微細な球状（非デンドライト状）の初晶を生成させる。このようにして得られた所定の液相率を有する合金M2を、たとえば、工程【3】-dのように保持容器30を反転し、ダイキャストマシンの射出スリーブ50に所定の液相率の合金を挿入した後、ダイキャストマシンの金型キャビティ60a内で加圧成形して成形品を得る。

【0027】図9は、保持容器内のAC4CH合金の温度分布と冷却速度の相関を説明するグラフであり、保持容器30内のAC4CH合金の温度分布に及ぼす冷却速度（ $615^{\circ}\text{C} \sim 585^{\circ}\text{C}$ ）の影響度を示したもので、冷却速度が速くなるにしたがって、温度分布が大きくなるのが判る。図9のうち、図9(a)は、冷却速度が $0.3^{\circ}\text{C}/\text{s}$ の場合を示し、保持容器外部から空気を噴射して冷却した場合で、容器上部を断熱材にて保温し、容器下部に断熱材を配置した。図9(b)は、冷却速度が $0.2^{\circ}\text{C}/\text{s}$ で冷却した場合を示し、容器上部、下部を断熱材にて保温したうえ、大気中にて冷却した場合を示す。

【0028】図10は、保持容器内のAC4CH合金の温度分布に及ぼす高周波誘導加熱の影響度を示すグラフであり、保持容器30内のAC4CH合金の温度分布に及ぼす高周波誘導加熱の影響度を示している。代表温度（保持容器内合金の中心温度）が、目標成形温度の $+3^{\circ}\text{C}$ に到達してから空気噴射を停止し、目標温度に到達して高周波誘導を稼働開始する。

【0029】図11は、保持容器内のAC4CH合金の温度分布に及ぼす高周波誘導加熱の影響度を示すグラフであり、保持容器30内のAC4CH合金の温度分布に及ぼす高周波誘導の影響度を示す。代表温度（保持容器内合金の中心温度）が目標成形温度よりも $11^{\circ}\text{C}$ だけ低い温度（目標温度 $-11^{\circ}\text{C}$ ）に到達してから空気噴射を停止し、高周波誘導加熱を開始する。目標成形温度に対して下がり過ぎないうちに、高周波誘導装置が稼働開始すれば、低い出力で短時間に保持容器30内の合金各部の温度を目標成形温度に維持出来るが、目標成形温度に対して $10^{\circ}\text{C}$ 以上低くなって高周波誘導装置が働いた場合、容器内の各部の温度を均一化することは簡単ではな

く、高い出力と長時間の誘導加熱が必要になる。そのため、誘導加熱は、保持容器30内で温度降下する合金の代表温度が目標成形温度に対して $10^{\circ}\text{C}$ 以上低下しない段階で、所定量の電流を所定の時間一回以上流す。

【0030】図12は、成形温度に到達した後の半溶融金属の成分均質化に及ぼす高周波誘導加熱保持の影響度を示す説明図である。図12はいずれも保持容器30内の合金の状態を示す縦断面図であり、図中、図12

(a)は成形温度に到達したときの状態、図12(b)は高周波誘導装置にて周波数8KHzで誘導加熱し20分間保持した状態、図12(c)は高周波誘導装置にて周波数40KHzで誘導加熱し20分間保持した状態を示す。成形温度に調整前の高周波誘導装置の周波数は8KHzである。成形温度への到達時の場合（図12(a)の状態）には起こらないが、保持時間が長いと図12(b)に示したように、上部の外周部に液相と固相が均一に混ざり合っている半溶融金属のうち液相が上部外周部に偏在する現象が観察される（図中の黒色の部分が液相である）。

【0031】これは高周波誘導中に保持容器30内の金属が盛り上がりて来ることから、半溶融金属中の液相が主に攪拌力により容器上部に浮上したために生じたものであると考えられる。しかし、攪拌力を抑えるために、保持容器内の半溶融金属の温度が成形温度に調整された後は、より高い周波数の誘導加熱をすることにより、その程度を軽減することが出来る。このため、容器内の合金各部の温度が誘導加熱により、所定時間内に目標成形温度範囲内に調整された後は該誘導加熱で使用した周波数と同等、もしくは、それよりも高い周波数の誘導加熱により成形工程の直前まで該合金を温度保持するようにする。

【0032】図1、図2、図3、図4、図11に示す本発明例と、従来のチクソキャスト法やレオキャスト法の違いを説明すると、本発明では、従来法のように半溶融温度領域で晶出したデンドライト状の初晶を機械攪拌や電磁攪拌で強制的に破碎球状化することはなく、半溶融温度領域での温度低下とともに液中に導入された結晶核を起点として晶出、成長する多数の初晶が合金自身が持っている熱量により（必要に応じて外部から加熱保持されることも有り得る）、連続的に球状化されるとともに、低い出力の高周波誘導加熱による均一な組織と均一な温度分布を特徴にしており、チクソキャスト法におけるビレットの再昇温による半溶融化の工程が省かれているため極めて簡便で経済的な方法である。

【0033】上述した各工程、すなわち、図3に示す保持容器30への注湯工程、初晶の生成、球状工程、成形工程のそれぞれにおいて設定された核生成条件、球状化条件および成形条件や本発明で示した数値限定理由について、以下に説明する。保持容器30に注湯される溶湯の温度が液相線温度に対して $50^{\circ}\text{C}$ 以上高めれば、

(1) 結晶の核発生が少なく、しかも、(2) 容器に注がれた時の合金の温度が液相線よりも高いために、残存する結晶核の割合も少なく、初晶のサイズが大きく、不定形のデンドライトが発生する。

【0034】このため、注湯温度は液相線に対する過熱度を5.0℃未満とし、また液相線温度に対する過熱度を3.0℃未満とすることにより、より微細な初晶サイズとすることが出来る。

【0035】保持容器30に注湯された合金M<sub>1</sub>が成形に適した液相率を示すまで冷却される際に、容器上部および容器下部が加熱もしくは保温されない場合、該容器の上部および／あるいは下部の合金M<sub>1</sub>の表皮部にデンドライト状の初晶が発生したり、凝固層が成長し保持容器30内の金属の温度分布も不均一になるため、高周波誘導により加熱しても保持容器30から合金を反転して取り出す場合、保持容器30から所定の液相率の合金を排出出来なかったり、保持容器30内部に凝固層が残る連続成形が困難になったり、温度分布が完全には改善されなかったりする。このため、注湯後成形温度までの保持時間が短い場合、冷却過程では保持容器上部および／あるいは保持容器下部を保持容器中央部より加熱したり、あるいは、保温し、必要に応じて注湯後の冷却過程だけでなく、注湯前にあらかじめ該保持容器30の上部、下部を加熱する。また、保持容器30厚みを薄くすることにより、凝固層の生成が抑制されるため、保持容器上部厚み、下部厚みを保持容器中央部厚みよりも薄くすることにより、保持容器30からの合金の排出を容易にする。

【0036】保持容器30の熱伝導率が、1.0 kcal/mhr℃未満の材質であれば、冷却時間が長くなり工業的には不都合であるため、保持容器30の熱伝導率を1.0 kcal/mhr℃以上とする。金属性の保持容器30を使用する場合は、該保持容器30の表面に非金属性物質（例えばBN、黒鉛など）を塗布することが好ましい。塗布する方法は、機械的、化学的、物理的方法のいずれでも構わない。また、通気性のある容器を保持容器30として使用する場合、あるいは、長時間保持される場合、マグネシウム合金およびアルミニウム合金は酸化しやすいため、保持容器外部を所定の雰囲気（不活性雰囲気、減圧雰囲気など）にすることが好ましい。また金属性容器を使用する場合においても、マグネシウム合金は酸化しやすいので、不活性雰囲気やCO<sub>2</sub>雰囲気にすることが望ましい。また、酸化防止を図るために

予め金属溶湯にマグネシウム合金ではBe、Caを、アルミニウム合金ではBeを添加することができる。なお、容器30の形状は筒状に限定されるものではなく、その後の成形法に適した形状を採用してもよい。

【0037】その保持容器30での平均冷却速度が3.0℃/sよりも速ければ、所定の液相率を示す目標成形温度範囲に収めることが誘導加熱を用いても容易でなく、また、球状の初晶を生成することが困難である。一方、平均冷却速度が0.01℃/s未満であれば、冷却時間が長く工業生産の上では不都合である。このため、平均冷却速度は0.01℃/s～3.0℃/sとし、さらに好ましくは、0.05℃/sと～1℃/sとする。

【0038】保持容器30の冷却を積極的に行なう場合、保持容器30の外側から該保持容器30に向けて少なくとも空気、水のいずれかを噴射し、必要に応じて保持容器外側を2箇所以上の異なる高さの位置からそれぞれ独立に、噴射条件および噴射時期を任意に変えて行なう。噴射する物質、噴射する量、速度、位置、噴射時期は、保持容器30内の合金、保持容器30の材質、肉厚などにより変化する。

【0039】成形前の保持容器内部の合金の温度が目標成形温度に対して、-5℃～+5℃範囲を超えれば、均質な組織の成形品が製造後に得られないので、目標成形温度に対して、-5℃～+5℃範囲に保持容器内部の合金の温度を誘導加熱により調整する。

【0040】注湯される合金に結晶核を与えるために加振棒20を使用する場合、連続的に加振棒20を使用し、かつ、結晶を多数発生させるために、内部あるいは外部から冷却できるものであること、加振棒20の表面に非金属性物質を塗布することが好ましい。なお、振動をさせないで内部から冷却できる棒を単に使用した場合は、たとえ非金属性物質を塗布していても、注湯された合金から棒を引き上げたとき、棒表面に凝固層が多量に付着したり、樹枝状晶が保持容器内の合金中に多数認められたりする。このため、冷却できる棒を溶湯に接触させる場合、棒が振動されることとする。

【0041】加振棒20を使用すれば、保持容器内部の合金に微細な初晶を晶出させることは出来る。しかし、保持容器30に接触する部分に樹枝状晶が発生することがある。このため、注湯中、保持容器30に振動を与えることが好ましい。

【0042】

【表1】

表1 成形前の半導体形成金属の製造条件

No	合 金	铸 造 温 度 (℃)	铸 生 成	容 器 内 メ タル 温 度 (℃)	保 持 容 器 の 材 質	成 形 温 度 (℃)	平 均 冷 却 速 度 (℃/s)	誘 動 加 熱 パ タ ー ン			周 波 数			保 持 容 器 の 温 度		保 持 容 器 の 冷 却 用 噴 射 媒 体	保 持 時 間 (分)	メ タル 重 量 (kg)	
								A	B	C	調 整 前	調 整 後	上 部	下 部					
1	AC4CH	635	V	610	14	585	0.20	○				8	8	保溫	—	空氣	25	3.0	1.5
2	AC4CH	635	V	600	14	585	0.10	○				8	8	保溫	保溫	空氣	200	5.5	15.0
3	AC4CH	630	V	608	14	560	0.03		○			8	8	保溫	—	—	—	40.0	15.0
4	AC4CH	625	TI	610	14	585	0.15	○				8	8	保溫	保溫	—	—	4.3	1.5
5	AC4CH	645	V	620	14	585	0.5	○				8	8	保溫	—	水、空氣	25	2.0	1.5
6	AC4CH	635	V	610	14	585	0.18	○				8	8	保溫	—	空氣	25	3.0	1.5
7	AC4CH	630	TI	611	14	585	0.15	○				8	45	保溫	保溫	空氣	25	30.0	1.5
8	AC4CH	640	V, TI	610	18	592	0.13	○				8	8	保溫	加熱	空氣	100	4.5	15.0
9	AZ01	815	V	590	14	575	0.13	○				8	8	保溫	保溫	—	—	3.0	0.9
10	AZ01, Si, Sr	815	V	592	14	570	1.0	○				8	8	保溫	保溫	空氣	25	1.1	0.9
11	AZ01, Ca	625	V	595	14	570	0.5	○				8	8	保溫	保溫	空氣	25	2.0	0.9
12	AC7A	645	V	628	14	610	0.20	○				8	8	加熱	保溫	空氣	25	3.0	1.5
13	AC4CH	635	TI	610	14	580	0.25	○				8	8	保溫	—	空氣	25	3.0	1.5
14	AC4CH	635	V	609	14	585	0.25			○		8	8	保溫	保溫	空氣	25	3.1	1.5
15	AC4CH	635	V	610	0.3	585	0.008	○				8	8	保溫	—	—	—	65.0	20.5
16	AC4CH	635	V	610	14	585	0.15	○				8	8	保溫	保溫	—	—	40.0	1.5
17	AC4CH	635	TI	610	14	585	4.0	○				8	8	—	—	水	25	0.3	1.5
18	AC4CH	690	V	650	14	585	0.15	○				8	8	保溫	保溫	—	—	10.0	1.5
19	AC4CH	635	TI	610	14	580	0.25	○				8	8	—	—	空氣	25	2.8	1.5

本 発 明 例										比 較 例									
---------	--	--	--	--	--	--	--	--	--	-------	--	--	--	--	--	--	--	--	--

本 表 明 例

出 校 例

注記 (単位) AC4CH Al-7%Si-0.3%Ag-0.15%Ti 615°C

AZ01 Ag-91Al-0.7%Zn-0.2%Ni 595°C

AC7A Al-6%Si-0.4%Ni 635°C

【核生成】V : 鋼球 8 に 添 着

【成移】TI : 鋼球 9 に 添 着

【保溫】TI : 鋼球 9 に 添 着

【保溫】TI : 鋼球 9 に 添 着

【保溫】TI : 鋼球 9 に 添 着

【保溫】TI : 鋼球 9 に 添 着

【保溫】TI : 鋼球 9 に 添 着

【保溫】TI : 鋼球 9 に 添 着

【保溫】TI : 鋼球 9 に 添 着

【保溫】TI : 鋼球 9 に 添 着

【保溫】TI : 鋼球 9 に 添 着

{保溫} 熱伝導率 (0.3kcal/mh°C) のセラミックで容器をカバー

{加熱} 熱伝導率ヒーターで加熱

{冷却} 冷却用空気の噴射

{保溫} コイルの外側からコイル内の容器を冷却

{保溫} コイルの出口に容器を入れる前に冷却

{保溫} 冷却用空気の噴射

{保溫} 冷却用空気の噴射

{保溫} 冷却用空気の噴射

{保溫} 冷却用空気の噴射

{保溫} 冷却用空気の噴射

{保溫} 冷却用空気の噴射

{保溫} 冷却用空気の噴射

{保溫} 冷却用空気の噴射

{保溫} 冷却用空気の噴射

片厚 0.1mm

のT1量、0.175%、8重0.005%

のT1量、0.175%、8重0.005%

のT1量、0.175%、8重0.005%

のT1量、0.175%、8重0.005%

のT1量、0.175%、8重0.005%

のT1量、0.175%、8重0.005%

のT1量、0.175%、8重0.005%

のT1量、0.175%、8重0.005%

のT1量、0.175%、8重0.005%

のT1量、0.175%、8重0.005%

のT1量、0.175%、8重0.005%

のT1量、0.175%、8重0.005%

のT1量、0.175%、8重0.005%

表2 半熔融金属の温度分布と成形材のマイクロ組織

No	成形前 メタルの温度 分布	初晶 球状 化程 度	備 考
1	+2, -1	○	
2	+2, -3	○	
3	+2, -2	○	
4	+2, -1	○	
5	+3, -2	○	
6	+1, -2	○	
7	+2, -1	○	
8	+1, -1	○	容器中央部に比べて肉厚を3割薄くする
9	+1, -1	○	
10	+3, -4	○	
11	+2, -2	○	
12	+2, -1	○	
13	+2, -2	○	押出成形
14	-10, 5	○	目標成形温度に対して10℃以上下って誘導加熱
15	-4, 5	△	冷却速度が遅い
16	-2, -2	○	誘導加熱による保持時間が長い
17	-4, 7	×	冷却速度が速すぎる
18	-3, -5	×	注湯温度が高い
19	-7, 3	×	容器の保温不十分

【0044】表1に成形前の半熔融金属の成形条件、表2に成形前の容器内金属の温度分布および成形材の品質を示す。成形は、図3に示すように、半熔融金属をスリーブ50に挿入し、その後スクイズ鑄造機を用いて行なった。成形条件は、加圧力を950 kgf/cm<sup>2</sup>、射出速度を0.5 m/s、鑄造品重量（ビスケット含む）を1.5 kg、金型温度を230℃とした。ただし、表1および表2中のNo. 13は、押出機を用いて成形した時の成形条件と成形材の品質を示す。成形は半熔融金属をコンテナに挿入して押出成形を行った。成形条件は以下のとおりである。

- (1) 押出機仕様：800 t、
- (2) 押出速度（製品速度）：80 m/min、
- (3) 押出比：20
- (4) 押出ピレット直径：75 mm

【0045】比較例14では、保持容器30内で温度降下する合金の代表温度が、目標成形温度に対して10℃以上低下して誘導加熱を行なったために、目標成形温度範囲に対して-5℃～+5℃の範囲内に収めることができず、均質な組織の成形体を得ることが出来なかった。比較例15では、冷却速度が遅かったために温度分布については大きな問題はないが、初晶のサイズが200 μ

mを超え、また連続生産の上では不都合である。比較例16では、保持容器内の合金の各部の温度が目標成形温度範囲に調整された後の誘導加熱による保持時間が長く、しかも周波数の変更をしなかったために、半熔融金属の上部の外周部に液相が多かった。比較例17では、冷却速度が速すぎるために、誘導加熱を行なっても、目標成形温度範囲に対して-5℃～+5℃の範囲内に収めることが出来ず、均質な組織の成形体を得ることが出来ないばかりでなく、凝固層が容器内部に出来たりして、容器からの半熔融金属の取り出しが困難であった。比較例18では、注湯温度が高いために、容器への注湯後の溶湯の温度が高いために結晶核が残存せず、不定形の樹枝状晶が多数発生した。比較例19では保持容器の保温が不十分であるために、保持容器の上部にある金属は早く冷却し保持容器から取出すことが容易でなかった（図8参照）。

【0046】一方、本発明1～本発明13では、図7に示すように、不定形の樹枝状晶は認められず、微細な球状の初晶を有する均質な組織の成形体を得られた。

【0047】

【発明の効果】以上説明したことから明かなように、本発明に係る半熔融金属の成形方法では、従来の機械攪

17

拌法、電磁攪拌法によらず、簡便容易にかつ、低コストで微細かつ球状の組織を有する成形体が得られる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係る最大固溶限以上の組成の亜共晶アルミニウム合金の半溶融金属の成形方法を示す工程説明図である。

【図2】本発明に係る最大固溶限内組成のマグネシウム合金あるいはアルミニウム合金の半溶融金属の成形方法を示す工程説明図である。

【図3】本発明に係る球状初晶の生成から成形までの工程説明図である。

【図4】図3に示した各工程の金属組織の模写図である。

【図5】本発明に係る代表的なアルミ合金であるAl-Si系合金平衡状態図である。

【図6】本発明に係る代表的なマグネ合金であるMg-Al系合金平衡状態図である。

【図7】本発明例の成形品(AC4CH合金)の金属組織を示す顕微鏡写真の模写図である。

【図8】比較例の成形品(AC4CH合金)の金属組織を示す顕微鏡写真の模写図である。

【図9】本発明の実施例に係る保持容器内のAC4CH合金の温度分布と冷却速度の相関を説明するグラフである。

18

【図10】本発明の実施例に係る保持容器内のAC4CH合金の温度分布に及ぼす高周波誘導加熱の影響度を示すグラフである。

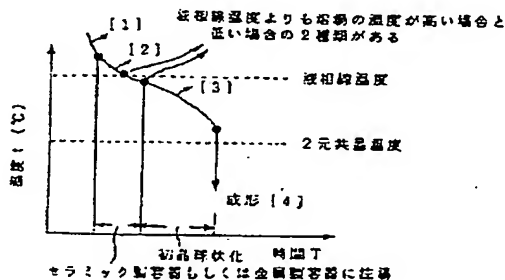
【図11】本発明の実施例に係る保持容器内のAC4CH合金の温度分布に及ぼす高周波誘導加熱の影響度を示すグラフである。

【図12】本発明の実施例に係る成形温度に到達した後の半溶融金属の成分均質化に及ぼす高周波誘導加熱保持の影響度を示す説明図である。

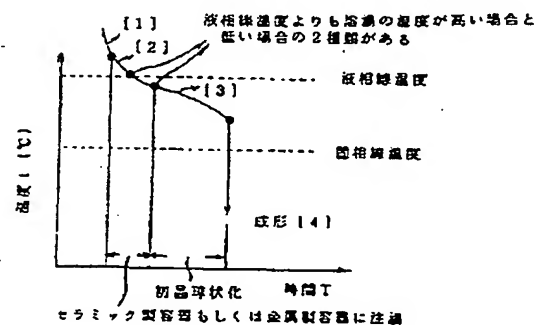
【符号の説明】

- 10 ラドル
- 20 加振棒
- 30 保持容器(金属容器もしくは非金属容器)
- 40 加振装置
- 50 射出スリーブ
- 60 金型
- 60a 金型キャビティ
- 70 保温材
- 80 コイル
- 90 エア(もしくは水)
- M 溶湯金属
- T 保持時間
- t 容器内メタル温度

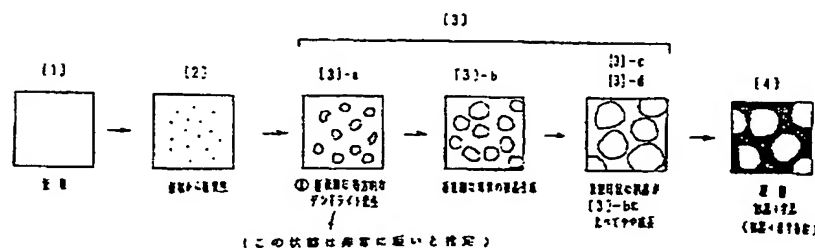
【図1】



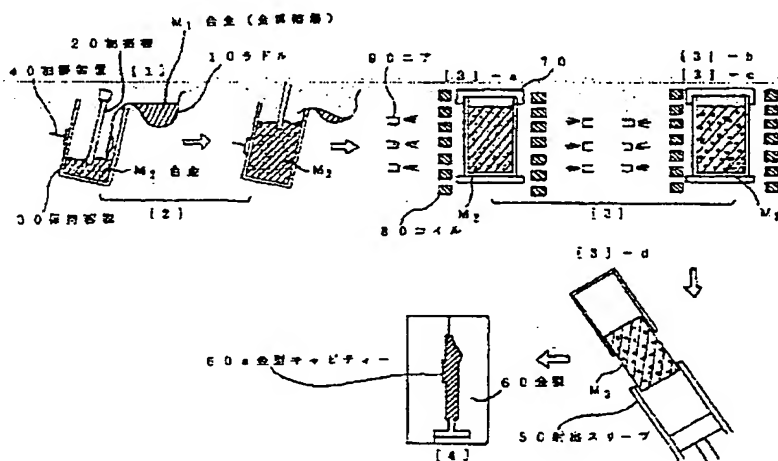
【図2】



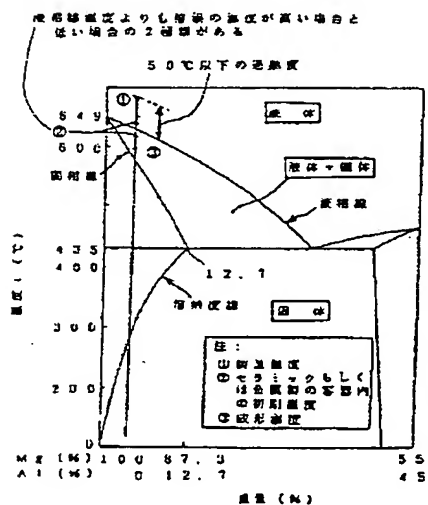
【図4】



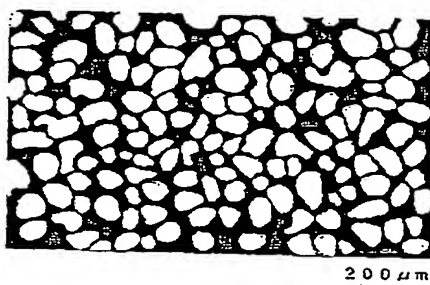
【図3】



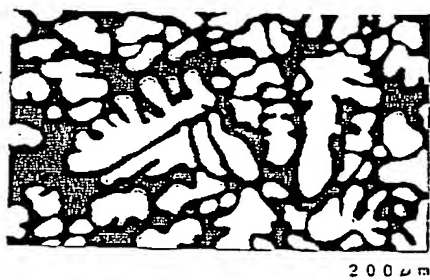
【図6】



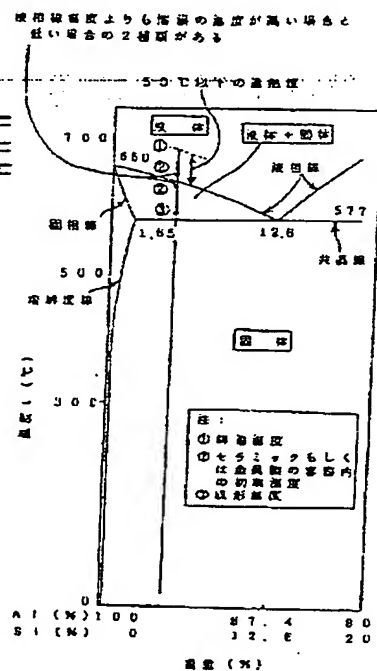
【図7】



【図8】

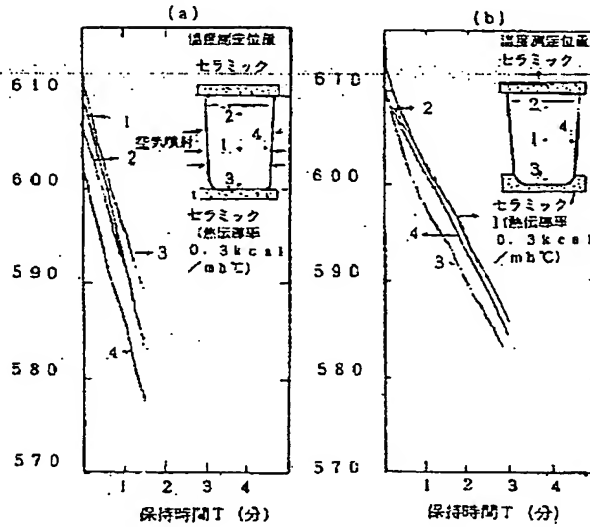


【図5】

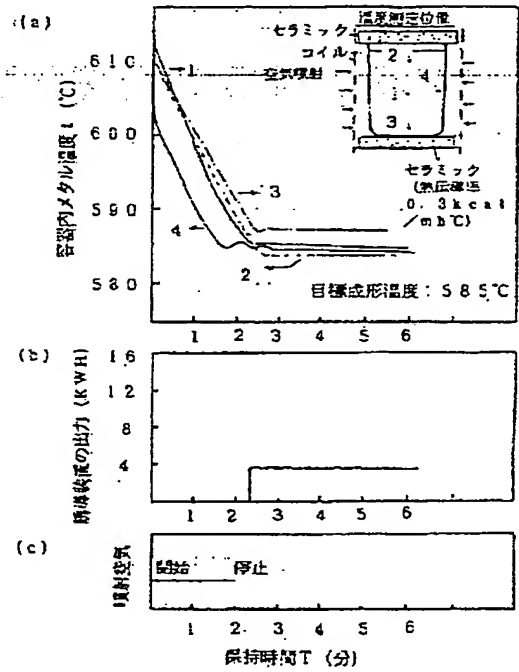


BEST AVAILABLE COPY

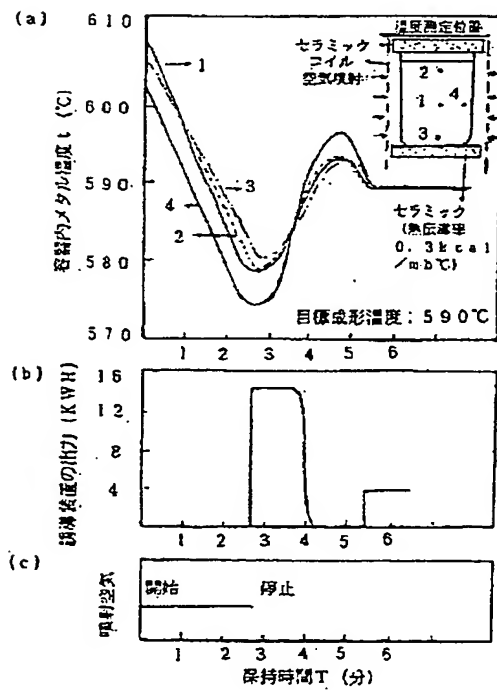
【図9】



【図10】



【図11】



【図12】

(a) 成形温度に到達した時の状態

(b) 成形温度到達後、高周波誘導装置  
(8 kHzの周波数) で20分間加熱保持(c) 成形温度到達後、高周波誘導装置  
(40 kHzの周波数) で20分間加熱保持

フロントページの続き

(72)発明者 原田 康則  
山口県宇部市大字小串字沖の山1980番地  
宇部興産株式会社機械・エンジニアリング  
事業本部内